

L1 ANSWER 1 OF 1 CA COPYRIGHT 2005 ACS on STN  
AN 61:48459 CA  
ED Entered STN: 22 Apr 2001  
TI Stable, highly concentrated solutions of anionic dyes  
IN Finkenauer, Helmut  
PA Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG  
SO 8 pp.  
DT Patent  
LA Unavailable  
CC 47 (Textiles)

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI BE 631379		9630816	BE	19630422 <--

CLASS

PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
------------	-------	------------------------------------

AB	Solns. contg. 50-60% by wt. of anionic dyes (preferably sulfonated azo and phthalocyanine dyes) prepd. by treating their salts with water-sol. aliphatic diamines or alkanolamines in, as solvents, water-sol. polyhydric alcs., liquid at ordinary temp., and (or) their ethers, and (or) water-sol. polyethers, and (or) water-sol. amides do not crystallize on moderate cooling, even though supersatd. These solns. have an advantage over finely ground dyes, which become dusty and thus cause difficulty and staining during proportioning, charging, and similar manipulations.	
IT	Dyes	
	(azo, sulfonated, amine salts, concd. stable solns. of anionic)	
IT	128846-37-7, Phthalocyanine, copper complex	
	(dyes from, amine salts, concd. stable solns. of)	

ROYAUME DE BELGIQUE 63 1379

N° 631.379



Classification Internationale :

*Cogb*  
Brevet mis en lecture le :

16 - 8 - 1963

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES  
ET DE L'ÉNERGIE

## BREVET D'INVENTION

Le Ministre des Affaires Economiques et de l'Energie,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention :*

*Vu le procès-verbal dressé le 22 avril 1963 à 15 h 45  
au greffe du Gouvernement provincial du Brabant;*

### ARRÊTE :

Article 1. — Il est délivré à la Sté dite: BADISCHE ANILIN-& SODA-  
FABRIK AKTIENGESSELLSCHAFT,  
Ludwigshafen am Rhein, (Allemagne),  
repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles,  
un brevet d'invention pour : Solutions fortement concentrées de colorants  
anioniques d'une bonne stabilité,  
(Inv. Mr H. Finkonsauer).

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et  
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention,  
soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention  
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'inventeur et déposés à l'appui  
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 15 mai 1963.

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :  
Le Directeur Général.

*J. HAMELS.*

BEST AVAILABLE COPY

O.Z. 22 398  
B.34.499  
AMPH.-

631379

DESCRIPTION

jointe à une demande de

## BREVET BELGE

déposée par la société dite :

BADISCHE ANILIN-& SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

ayant pour objet : " SOLUTIONS FORTEMENT CONCENTREES DE COLORANTS  
ANIONIQUES D'UNE BONNE STABILITE ".-

---

Qualification proposée : BREVET D'INVENTION.

Inventeur : Helmut FINKENHAUER

BEST AVAILABLE COPY

631379

B. 34.499  
MLL.

Les colorants anioniques solubles sont, en général, mis en vente sous forme de poudres finement broyées, permettant d'effectuer simplement le dosage et la préparation de solutions. Cette forme commerciale présente toutefois l'inconvénient que les poudres généralement assez volumineuses pourraient fortement. Ce sont notamment les colorants hydrosolubles qui provoquent de ce fait lors du dosage, du remplissage ou de manipulations analogues, des perturbations et des souillures.

Les inconvénients que présentent les colorants finement broyés peuvent être évités par emploi de solutions mères fortement concentrées, fournies par les fabriques de matières colorantes. Un grand nombre de colorants anioniques, par exemple ceux à groupes acide sulfonique, sont bien solubles dans l'eau; leur solubilité n'est toutefois pas assez élevée pour que l'on puisse préparer des solutions mères d'une concentration suffisante; les solutions sont en outre sensibles au gel et ont tendance à cristalliser lors du refroidissement. D'autre part, la solubilité dans des solvants organiques miscibles à l'eau des colorants anioniques sous forme des sels alcalins de type commercial (en général les colorants acides sont précipités sous forme de sels sodiques ou préparés par mélange, par exemple, d'un acide sulfonique de colorant séché avec la quantité calculée de carbonate de soude), est trop faible pour permettre d'obtenir des solutions mères dans des solvants organiques.

Or, on a trouvé qu'on obtient des solutions fortement concentrées, stables à un gel modéré, par exemple à 20-70%, de préférence à 50-60% en poids de colorants anioniques solubles dans l'eau, en utilisant pour leur préparation des

631379

sels de colorants renfermant des groupes acides avec des diamines aliphatiques hydrosolubles ou des alcanolamines hydrosolubles et comme solvants, des alcools polyvalents solubles dans l'eau, liquides à température ordinaire, et/ou leurs éthers et/ou des polyéthers hydrosolubles et/ou des amides hydrosolubles.

Le terme "colorants anioniques" se rapporte à des colorants dont le constituant colorant est un anion. On citera, notamment, les colorants renfermant des groupes acide sulfonique, par exemple les colorants à groupes acide sulfonique des séries azoïque, azinique, nitrée, du xanthène, du triarylméthane, de la phtalocyanine, de la pyrazolone, de la quinoline, de préférence des séries azoïque et phtalocyaninique.

A titre d'exemples de diamines aliphatiques solubles dans l'eau, on mentionnera les diamines à bas poids moléculaire, telles que l'éthylènediamine ou l'hexaméthylènediamine. Comme alcanolamines, on citera, par exemple, l'éthanolamine, la di- et le tri-éthanolamine.

Comme alcools polyvalents, solubles dans l'eau, liquides à température ordinaire, et leurs éthers, entrent en ligne de compte avantageusement les alcools bi- et tri-valents et leurs éthers à bas poids moléculaire, par exemple l'éthylèneglycol, l'éther monoéthylique du diéthylèneglycol, l'éther monobutylique du diéthylèneglycol, l'éther monobutylique du triéthylèneglycol, le triéthylène glycol, le dipropylèneglycol et le glycérol.

Sont appropriés comme polyéthers solubles dans l'eau, par exemple, les produits de polymérisation d'oxydes d'alcylène, dont les groupes terminaux peuvent être éthérifiés ou estérifiés, tels que les produits de condensation du polyéthylène avec des poids moléculaires de, par exemple, 191 et 281.

Comme amides solubles dans l'eau, parmi lesquels il

faut compter les lactames, sont utilisables, par exemple, le formamide et le diméthylformamide.

Pour la préparation des solutions, on opère, par exemple, comme suit : On fait réagir, pour l'obtention de sels de colorants les acides libres de colorants préparés de façon connue, notamment les acides sulfoniques de colorants, le cas échéant sous forme de gâteaux humides, avec les amines qui sont utilisées en quantité stoechiométrique ou plus, par exemple 1,5 fois cette quantité, et on dissout ces sels dans les solvants précités. On peut également effectuer la réaction de l'acide de colorant avec les amines en présence du solvant, en introduisant les acides de colorants dans le mélange du solvant et de l'amine. Pour la préparation des solutions, les solvants à utiliser conformément à la présente invention peuvent être utilisés à l'état pur ou mélangés entre eux.

On emploie, pour la préparation des solutions, des colorants purs ou nuancés, ou bien on mélange entre elles des solutions finies ou on les nuance.

La réaction avec formation des sels de colorants et la préparation des solutions ont lieu de préférence à température quelque peu élevée, comprise avantageusement entre 40 et 70°C. En principe, on peut toutefois également préparer les solutions à température ordinaire et, pour autant que les colorants présentent une stabilité suffisante, à des températures supérieures à 70°C.

Les solutions conformes à la présente invention renferment des concentrations très élevées de colorants, par exemple jusqu'à 70%, de préférence 50 à 60% en poids et présentent, malgré leur teneur élevée en colorant, le caractère de solutions vraies. Bien que les solutions soient sursaturées, elles restent liquides même à des températures sensiblement plus basses que le point de congélation et les colorants dissous ne cristallisent pas. Même après un stockage d'as-

ses longue durée, il ne se produit pas de chute de concentration dans la solution.

Les solutions conformes à la présente invention sont miscibles en toutes proportions avec de l'eau ou, si désiré, également avec des solvants organiques appropriés; elles peuvent renfermer ces derniers ou aussi de l'eau.

Les exemples qui suivent, dans lesquels les parties indiquées sont des parties en poids, illustrent la préparation des nouvelles solutions de colorants. L'indication du n° C.I. se rapporte au Colour Index 2e Ed. Tome 3.

#### EXEMPLE 1

On introduit, en brassant, à température ordinaire, 105 parties de l'acide sulfonique, pouvant être obtenu à partir d'orangé IV (C.I. n° 13 080), dans un mélange de 77 parties de triéthanolamine et de 51 parties d'eau, après quoi on mélange, avantageusement après avoir brassé pendant un certain temps à 60°C, avec 63 parties de N-méthylpyrrolidone.

La solution peut être conservée à des températures allant jusqu'à -15°C et, même après un repos assez long, il ne se dépose pas de substances solides. 200 parties de solution ont le même rendement que 100 parties du colorant de type commercial.

#### EXEMPLE 2

70 parties de l'acide sulfonique de l'orangé IV indiqué à l'exemple 1, fournissent avec 35 parties d'éthanolamine et 70 parties de diméthylformamide (préparé à 60°C) une solution stable d'un fort rendement élevé, dont 200 parties correspondent à 100 parties du colorant de type commercial.

#### EXEMPLE 3

On introduit, en brassant, à température ordinaire, dans 204 parties de triéthanolamine, 204 parties d'acide sulfonique fraîchement préparé, séché à l'air, du colorant azoïque

Rouge solide AV (C.I. n° 15 620), après quoi on dilue avec 100 parties d'eau. La solution rendue limpide par filtration est très stable. 280 parties de solution renferment la même quantité de colorant que 100 parties de colorant de type commercial.

#### EXEMPLE 4

En dissolvant 122 parties de l'acide sulfonique du Rouge solide AV décrit à l'exemple 3, dans un mélange de 77 parties de triéthanolamine et de 300 parties de diméthylformamide, on obtient une solution de colorant très stable dont 425 parties ont le même rendement que 100 parties de colorant de type commercial.

#### EXEMPLE 5

On mélange, en brassant, 500 parties d'acide sulfonique obtenu à partir de Jaune Métanil (C.I. n° 13 065), à température ordinaire, avec 375 parties d'éthanolamine, puis on mélange, le cas échéant après chauffage à 50-60°C, avec 375 parties de diméthylformamide. On obtient une solution très stable dans laquelle il ne se dépose pas de colorant même à -15°C. 200 parties de solution correspondent à 100 parties de jaune mét-anil sous forme solide.

#### EXEMPLE 6

500 parties de l'acide sulfonique décrit à l'exemple 5, sont mélangées en brassant à 80°C, d'abord avec 200 parties de triéthanolamine, puis avec 500 parties d'éthylèneglycol jusqu'à dissolution complète. On obtient une solution stable, d'un rendement élevé.

#### REVENDICATION

Solutions fortement concentrées de colorants anioniques solubles dans l'eau, caractérisées en ce qu'elles contiennent des sels de colorants renfermant des groupes acides avec des diamines aliphatiques hydrosolubles ou des alcanolamines



631379

hydrosolubles, des alcools polyvalents solubles dans l'eau,  
liquides à température ordinaire et/ou leurs éthers, et/ou  
des polyéthers hydrosolubles et/ou des amides hydrosolubles.

BRUXELLES, le 22 mai 1962.  
P. <sup>de</sup> *Andriole* *Amelin*  
*Poste - Felix Dh*  
*Leuperscheft*  
P. <sup>de</sup> A. VAN. ER HAECHEIN

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**